

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-140505

(43)公開日 平成11年(1999)5月25日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
B 22 F 3/035  
3/02  
B 30 B 11/00

識別記号

F I  
B 22 F 3/02  
B 30 B 11/00  
B 22 F 3/02

E  
J  
L

審査請求 未請求 請求項の数7 OL (全5頁)

(21)出願番号 特願平9-305893

(22)出願日 平成9年(1997)11月7日

(71)出願人 000233572  
日立粉末冶金株式会社  
千葉県松戸市稔台520番地  
(72)発明者 上田 勝彦  
千葉県松戸市常盤平3-28-3  
(72)発明者 深川 浩一  
千葉県松戸市稔台1018-2  
(74)代理人 弁理士 三好 秀和

(54)【発明の名称】 粉末冶金における粉末成形方法

(57)【要約】

【課題】 高密度焼結製品の成形には、粉末潤滑剤を原料粉に混ぜる混入潤滑法よりも外型内面に潤滑剤の被膜を形成する押型潤滑法の方が適しているが、原料粉の流動性や見掛け密度が低いために成形能率の低下、圧縮比の増大、成形品の重量誤差の増大などの難点があった。

【解決手段】 押型潤滑法と、粉末潤滑剤の添加量を0.3%以下、好ましくは0.05~0.3%に抑制した混入潤滑法とを併用する。粉末潤滑剤がこの範囲なら成形体の圧粉密度を損わずに原料粉の流動性および見掛け密度が改善され、高密度焼結製品を効率よく成形することができる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 外型と下パンチで形成するキャビティ内に充填した原料粉末を上下のパンチ間に圧縮成形し、得られた圧粉体を下パンチで外型から押し出す粉末成形方法において、外型内面に押型潤滑剤の潤滑被膜を形成するとともに、原料粉末に重量比で0.3%以下の粉末潤滑剤を添加しておくことを特徴とする粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項2】 粉末潤滑剤の添加量が0.05~0.2%である、請求項1に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項3】 外型内面に形成された潤滑被膜が液状である、請求項1または請求項2に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項4】 外型内面に形成された潤滑被膜が固体状である、請求項1または請求項2に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項5】 粉末潤滑剤には押型から受ける熱や粉末の圧縮成形に伴う摩擦熱では溶融しない高融点の粉末潤滑剤を、押型潤滑剤には押型から受ける熱で容易に溶融する低融点の押型潤滑剤を用いる、請求項3に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項6】 粉末潤滑剤には押型から受ける熱や粉末の圧縮成形に伴う摩擦熱では溶融しない高融点の粉末潤滑剤を、押型潤滑剤には押型から受ける熱では溶融しない高融点の粉末潤滑剤を用いる、請求項4に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

【請求項7】 加熱手段および冷却手段の少なくとも何れかを備える押型を用いる、請求項5または請求項6に記載の粉末冶金における粉末成形方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金の分野における原料粉末ならびに粉末成形金型（押型）の潤滑方式の改良に関するものであり、それにより高密度焼結部品の成形を容易にするものである。

## 【0002】

【従来の技術】押型内で金属粉末を圧縮する場合、押型壁と粉末粒子間、あるいは粉末粒子相互の間に摩擦が生じ、圧粉体の所要の密度（圧粉密度）を得るためにより大きな成形圧力が必要になる。また圧粉体と押型壁面との摩擦が大きいほど大きな押出力を要する結果、圧粉体内の残留応力を増すので、圧粉体を外型から押し出す際に割れなどの不良の発生がより増加する。従って製品の品質の点からもまた設備的なコストの点からも、押型内における摩擦を最小限に抑える必要がある。なお外型より押型のほうが概念上広義ではあるが、この明細書では明確な使い分けはしていない。

【0003】摩擦を減ずるための潤滑方式には、外型の内面、コアロッドの表面など押型に潤滑剤を塗布する

“押型潤滑法”と粉末状の潤滑剤を原料粉末に添加・混合しておく“混入潤滑法”がある。粉末冶金用語に関する日本工業規格（JIS Z 2500-1960）では押型に塗る潤滑剤を押型潤滑剤、原料粉末に混合する潤滑剤を粉末潤滑剤と呼んでいるが、潤滑剤として使う材料自体に違いはなく、ステアリン酸およびその金属石鹼、ワックス類などが一般的に用いられている。

【0004】押型潤滑法の場合は粉末潤滑剤を有機溶剤に溶かして塗布・乾燥させことが多い。しかし有機溶

10 剂の取り扱いに伴う環境衛生上の問題を避けるため、昨今は例えば特開平8-100203号など、粉末状の潤滑剤をそのまま直接、静電的に押型に付着させる方法が開発されつつある。

【0005】従来は、実施が容易で量産に適する混入潤滑法（添加量は通常0.5%以上）が一般的ではあるが、これには混入する粉末潤滑剤を増せば摩擦や押出力は減少する半面、原料粉末の流動性、見掛け密度、圧粉体の密度や強度が低下するという問題がある。そして押型潤滑法と混入潤滑法とを比較すると、圧粉密度は成形圧力が低い場合は混入潤滑法の方が高くなるが、成形圧力が高くなるにつれて、押型潤滑法の方が高くなる。また圧粉体を外型から押し出す際の押出力も、押型潤滑法の場合の方が混入潤滑法の場合よりも小さくて済む。従って高密度の製品を得るために、本質的には押型潤滑法が適している。ちなみに混入潤滑法と押型潤滑法の併用は、得られる圧粉密度についても押出力についても、有利になる場合が少ないとされている。なお、本明細書中の%は全て重量%である。

【0006】前述のように割れなどの不良のない高密度焼結部品を得るために、圧粉体を押し出す際ににおける押型壁面（主として外型、コアロッドがある場合はそれも）との摩擦を最小限に抑えなければならない。然るに焼結部品の高密度・高強度化についての要望は強まる一方で、殊に製品の輪郭形状が複雑な場合、径の割りに高い（長い）場合、高い成形圧力を要する場合などには従来の潤滑方式では摩擦軽減が不充分で、圧粉体の押出力の増加、押型壁面のかじり、製品の面粗さ劣化などの問題を生じる。そのためより優れた潤滑方式の開発が求められていた。

【0007】この問題を解決するため押型壁面における潤滑剤の作用を種々検討した結果、本出願人は先に、圧粉体押し出しの初期段階即ち圧粉体が未だ動き出さない段階での摩擦（静止摩擦）の軽減には固体潤滑が適する反面、圧粉体が動き出してからの摩擦（動摩擦）の軽減には液体潤滑の方が優れることを見出し、この知見に基づく押型潤滑法の改良として、外型に設けた冷却手段と加熱手段とを調節して外型の内壁面温度を圧粉体が形成される外型の下部内壁は使用する押型潤滑剤の融点以下、それより上部の圧粉体が押し出される内壁は融点以上に制御することを骨子とする発明（特願平9-260

318号…以下先願発明という。)を提案した。これによれば、押型内壁面の潤滑被膜は、圧粉体が形成される下部内壁は固体状態、圧粉体が押し出される上部内壁は液体状態となり、上述の知見に副う訳である。

#### 【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかし、この先願発明の場合は押型を加熱・冷却する手段が必須(図4参照)なため金型の構造が複雑になり、コスト高につくこと;粉末の充填操作が通常の方式より1工程(充填した粉末の無加圧下降)多く、その成形能率に影響することなどの問題があった。また後述するように、原料粉末に微量の粉末潤滑剤を添加すると、添加しない場合に比べ粉末の流動性や見掛け密度が向上する。流動性の向上は成形能率の向上をもたらし、見掛け密度が大きくなれば成形時の圧縮比が小さくなり、原料粉末の充填深さが浅くて済むために金型およびダイセット全体を小型にできる。然るに先願発明の場合は原料粉末には粉末潤滑剤の添加を要しないので、この様な利点は望めなかった。本発明はこの様な観点からなされたもので、焼結製品の高密度化の一環として、押出力はもとより粉末特性、成形能率なども含め粉末成形方法の総合的な向上を図るものである。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】発明者らは、原料粉末に0.3%以下、好ましくは0.05~0.2%の粉末潤滑剤を添加するとその流動性や見掛け密度が著しく向上し、しかもこの程度の添加量ならば、成形体の圧粉密度には殆ど影響しないことを見出した。本発明はこの様な知見に基づくもので、即ちその骨子は、押型から受ける熱や粉末の圧縮成形に伴う摩擦熱では溶融しない高融点の粉末潤滑剤を原料粉末に0.3%以下添加する一方、押型内面にも押型潤滑剤を塗布しておくことにある。この場合、押型の温度で容易に溶融する低融点の押型潤滑剤を用いれば押型内面に形成される潤滑被膜が液状を呈して圧粉体の動摩擦を軽減し、高融点の低融点の押型潤滑剤を用いれば潤滑被膜が固体状を呈して圧粉体の静止摩擦を軽減する。

【0010】これにより、原料粉末の充填および圧縮成形の所要時間や充填深さが短縮される結果として、従来の混入潤滑法や先願発明の場合よりも成形能率が向上する。さらに、押型潤滑剤に低融点のものを用いた場合は押型内壁面に形成される潤滑被膜は溶融状態を呈し、動き出した圧粉体の動摩擦を先願発明と同じく液体潤滑作用により軽減するので、固体被膜による従来の押型潤滑法に比べ小さな押出力で圧粉体を押し出すことができる。

#### 【0011】

【発明の実施の形態】原料粉末への粉末潤滑剤の添加が原料粉末の粉末特性に及ぼす影響について、粉末潤滑剤の添加量と流動度との関係を図1のグラフに、同じく見

掛け密度との関係を図2に示す。試験方法は粉末の流動度はJIS Z 2502-1979、見掛け密度はJIS Z 2504-1979に準拠し、試験に供した原料粉末は重量比で銅粉1.5%、黒鉛粉1%および鉄粉残部の混合粉末であり、添加した粉末潤滑剤は融点122℃のステアリン酸亜鉛である。なお、これらのグラフは表1に示した測定値の点を直線で結んであるが、これはデータを曲線化する際の主觀混入を避けたものである。

【0012】先ず粉末の流動度を見ると、粉末潤滑剤の微量の添加で急激に向か(所要時間が減少)して添加量0.1%近辺でピークに達し、以後は反転して0.3%までやや急激に、次いでほぼ一様に劣化してゆき、添加量0.6%以上では無添加の場合より悪くなっている。一方、見掛け密度については、流動度の場合と同じく粉末潤滑剤の微量の添加で急激に向かし、添加量0.2%近辺でピークに達した後は低下に転じている。これらの結果を総合し、本発明では粉末潤滑剤の添加量を0.3%以下、好ましくは0.05~0.2%と限定する。

【0013】次に、粉末潤滑剤の添加量が原料粉末の圧縮性(成形体の圧粉密度)に及ぼす影響を試験した結果を表1(表中成形圧力の単位はt/cm<sup>2</sup>、圧粉密度の単位はg/cm<sup>3</sup>)に、その一部を図3のグラフに示す。なお、粉末潤滑剤無添加の例や微量の例もあるのでこの試験では一律に押型潤滑法を併用し、ステアリン酸亜鉛のアセトン溶液を噴霧・揮発させることにより、外型の内面にステアリン酸亜鉛の潤滑被膜を予め形成している。

【0014】このグラフから分るように、低圧で圧縮成形した場合は粉末潤滑剤の添加量が多いほど圧粉密度が高くなるが、高圧になると、添加量が少ないほど圧粉密度が高くなり、無添加の場合が最も高くなっている。そして成形圧力5t/cm<sup>2</sup>~の常用域で見ると、添加量が増すにつれて圧粉密度の低下率が大きくなっているが、添加量0.3%程度までならば無添加の場合とほぼ同等、ないしは0.5%以上を添加する通常の混入潤滑法の場合に比べ、許容できるレベルの圧粉密度を保っている。従ってこの結果に図1、図2の結果を併せ、粉末潤滑剤の添加量を0.3%以下に抑制し且つ押型潤滑法を併用すれば、成形体の圧粉密度を保ったままで粉末の

流動度や見掛け密度が著しく向上することが分る。なお粉末潤滑剤の添加量がこの様に少ない場合に押型の潤滑被膜を省くと、4t/cm<sup>2</sup>以下の低圧で成形する場合は別として、成形体の押し出し過程で表面むしれなどの成形不良を生じる。従って高密度の成形体を対象とする本発明においては、押型潤滑法の併用は必須の条件となる。

【0015】この押型潤滑法において、潤滑被膜を液状にする場合には押型の温度で容易に溶融する低融点の押型潤滑剤を、固体状にする場合には押型の温度で溶融しない高融点の押型潤滑剤を使い分ける。そこで粉末潤滑

剤や押型潤滑剤に利用できる物質を融点の低い順に列挙すれば次の通りであり、これらの中から押型の温度に応じて適宜に選択される。ステアリン酸(融点 70 ℃), ステアリン酸エタノールアミドエステル(84 ℃), ラウリン酸ジエチレントリアミンビスアミド(85 ℃), ラウリンアミド(86 ℃), ステアロアミド(101 ℃), ステアリン酸アルミニウム(105 ℃), ステアリン酸鉛(109 ℃), ステアリン酸亜鉛(122 ℃), メチレンビスステアロアミド(139 ℃), エチレンビスペヘンアミド(140 ℃), エチレンビスステアロアミド(143 ℃), ステアリン酸カルシウム(150 ℃), エチレンビスラウリンアミド(154 ℃), エチレンビスカプリルアミド(165 ℃), ステアリン酸リチウム(220 ℃), ステアリン酸バリウム(220 ℃)。

【0016】その選択に際して、粉末潤滑剤と押型潤滑剤とを異ならせててもよいが、押型の温度によっては同種\*

\*のものを用いることもできる。但し、この中のステアリン酸エタノールアミドエステル、ラウリン酸ジエチレントリアミンビスアミド、ラウリンアミド、ステアロアミド、メチレンビスステアロアミドおよびエチレンビスペヘンアミドは、粉末の流動性を劣化させるので粉末潤滑剤には不向きであり、押型潤滑剤にのみ適用される。

【0017】なお押型の温度は成形作業を繰り返す場合、粉体との摩擦熱のため次第に上昇し、やがて一定の温度に達するが、その温度は原料粉末性状、圧粉体の形状・寸法や成形圧力、成形速度、押型の材質・仕上げ等の諸条件により異なるものである。そこで、その温度が粉末潤滑剤や押型潤滑剤を選択する上で好ましくない場合は図4に例示するような加熱手段(ヒーター12)や冷却手段(冷媒通路13)を押型に設け、その温度を適宜に調節することにより選択の範囲を拡大することができる。

#### 【0018】

【表1】

| 粉末潤滑剤の添加量(%) | 見掛け密度<br>g/cm <sup>3</sup> | 流動度<br>秒/50g | 成形圧力別の圧粉密度 |      |      |      |      |      |
|--------------|----------------------------|--------------|------------|------|------|------|------|------|
|              |                            |              | 3          | 5    | 6    | 7    | 8    | 9    |
| —            | 2.85                       | 25.6         | 6.20       | 6.75 | 6.92 | 7.04 | 7.14 | 7.20 |
| 0.05         | 3.17                       | 23.8         | 6.21       | 6.74 | 6.91 | 7.03 | 7.13 | 7.19 |
| 0.1          | 3.38                       | 23.5         | 6.22       | 6.73 | 6.90 | 7.02 | 7.10 | 7.16 |
| 0.15         | 3.45                       | 23.5         | 6.24       | 6.71 | 6.88 | 7.00 | 7.08 | 7.09 |
| 0.2          | 3.48                       | 24.5         | 6.25       | 6.69 | 6.80 | 6.87 | 6.91 | 6.94 |
| 0.3          | 3.46                       | 24.8         |            |      |      |      |      |      |
| 0.4          | 3.42                       | 25.1         |            |      |      |      |      |      |
| 0.6          | 3.34                       | 25.5         |            |      |      |      |      |      |
| 0.8          | 3.28                       | 26.0         |            |      |      |      |      |      |

【0019】(実施例1) 粉末潤滑剤の添加量は流動性の面で最適と思われる0.1%を採択し、銅粉1.5%, 黒鉛粉1%および鉄粉残部の混合粉に融点が122℃のステアリン酸亜鉛粉末0.1%を添加・混合して原料粉末とした。粉末潤滑剤を添加する前、後における見掛け密度および流動度は表1に示してある。成形する圧粉体の形状は直径20mm、高さ40mmの円柱状に設定した。一方、押型は温度を約95℃に設定し、その内面に押型潤滑剤として融点70℃のステアリン酸粉末を摩擦帶電方式により静電的に塗布して液状の潤滑被膜を形成した。

【0020】この押型に原料粉末を充填し成形圧力6t/cm<sup>2</sup>での圧縮成形～押し出しを毎分8個の成形速度で反復したところ、押出力(押し出しの過程で下パンチから検出される負荷の最大値)の平均値は4100kgであり、押し出し直後の圧粉体は表面温度が約85℃であった。これに対して、押型の潤滑のみ省きその他の条件は同一にした比較試験の結果は平均4900kgの押出力を要し、得られた圧粉体にはむしれを生じたものが多くあった。

【0021】(実施例2) 押型は実施例1と同様に設

定し、その内面に押型潤滑剤として融点220℃のステアリン酸リチウム粉末を摩擦帶電方式により静電的に塗布して固体状の潤滑被膜を形成した。この押型に成分組成は実施例1の場合と同じで粉末潤滑剤の種類をステアリン酸リチウムに替えた原料粉末を充填し、成形圧力6t/cm<sup>2</sup>での圧縮成形～押し出しを毎分8個の成形速度で反復したところ、押出力の平均値は4200kgであった。

【0022】(実施例3) 押型に設けた加熱手段と冷却手段とを調節して、押型の内壁面温度をその上端で30℃、下端で25℃に設定した。この押型にステアリン酸亜鉛粉末を静電的に塗布して、圧粉体が形成される下部では固体状の、それより上部では液状の潤滑被膜を形成した。原料粉末は実施例1の場合と同一のものを用いて、成形圧力6t/cm<sup>2</sup>での圧縮成形～押し出しを毎分8個の成形速度で反復したところ、押出力の平均値は4100kgであった。

【0023】ちなみに粉末潤滑剤の添加量は、連続操業して得られる圧粉体個々の、重量の精度にも影響する。即ち、実施例1の混合粉に粉末潤滑剤は添加せずに押型潤滑のみで成形した場合の重量のバラツキは毎分8個の

成形速度では $\pm 0.43\%$ 、毎分12個では $\pm 0.62\%$ であり、一方、添加量が通常の0.8%の場合には毎分8個の成形速度では $\pm 0.45\%$ 、毎分12個では $\pm 0.64\%$ であるのに対し、粉末潤滑剤の添加量を本発明に基づき0.1%にすると、重量バラツキは毎分8個の成形速度で $\pm 0.33\%$ 、毎分12個でも $\pm 0.45\%$ %に減少する。なお重量のバラツキは、1000個の成形体個々の重量を測定し、その最大値と最小値の差を全数平均で除して得た値で示したものである。

#### 【0024】

【発明の効果】以上詳述した通り、本発明によれば圧粉体の押出力は増加させずに原料粉末の流動性や見掛け密度を改善することができ、その結果、金型やダイセット全体の小型化、成形能率の向上など工業上有益な効果が

得られる。また、圧粉体の重量誤差が小さくなるため、本発明は焼結製品の品質向上にも寄与するものである。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】原料粉末への粉末潤滑剤の添加量と流動度との関係を示すグラフである。

【図2】原料粉末への粉末潤滑剤の添加量と見掛け密度との関係を示すグラフである。

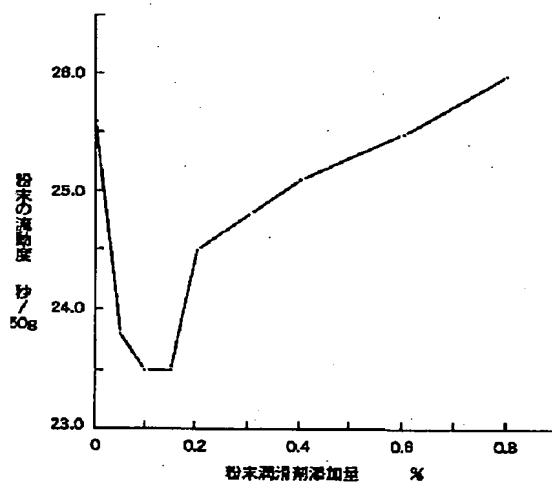
【図3】粉末潤滑剤の添加量が圧粉密度に及ぼす影響を示すグラフである。

【図4】粉末成形金型の押型の要部構成を模式的に例示する縦断面図である。

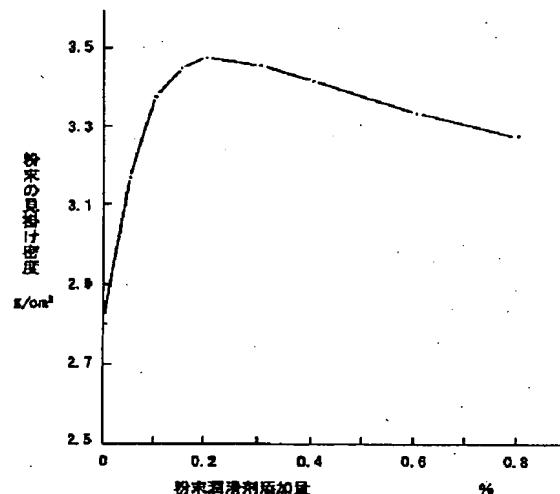
#### 【符号の説明】

10…外型、11…補強リング、12…電熱ヒーター  
(加熱手段)、13…冷媒通路(冷却手段)

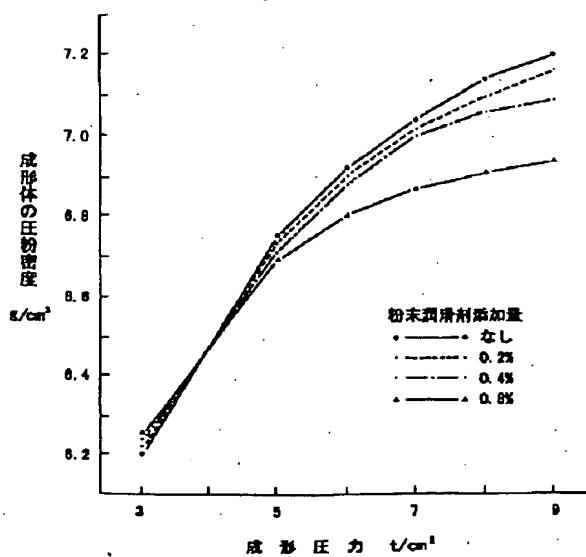
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

